MESSUNG DER INTENSITÄTSVERTEILUNG ELASTISCH UND UNELASTISCH GESTREUTER ELEKTRONEN IM DEBYE-SCHERRER DIAGRAMM DÜNNER SILBERFOLIEN

von

NORBERT WEDEL

Hamburg 1964

MESSUNG DER INTENSITÄTSVERTEILUNG

ELASTISCH UND UNELASTISCH GESTREUTER ELEKTRONEN

IM DEBYE - SCHERRER DIAGRAMM DÜNNER SILBERFOLIEN

DISSERTATION

ZUR ERLANGUNG DES DOKTORGRADES
DER MATHEMATISCH - NATURWISSENSCHAFTLICHEN FAKULTÄT
DER UNIVERSITÄT HAMBURG

vorgelegt von
NORBERT WEDEL
aus Nürnberg

Hamburg
1 9 6 1

Genehmigt von der

Mathematisch - Naturwissenschaftlichen Fakultät

der Universität Hamburg

auf Antrag von Professor Dr.H.Raether

Hamburg, den 18.11.1961 Professor Dr.C.Kosswig

Dekan

Fotodruck: Mikrokopie G.m.b.H. München 2, Weinstr. 4

Inhalt

Seite

A Einleitung 3

B Elektronenstreuung an polykristallinen Schichten 4

1) Systematik der Streuprozesse. 4

2) Intensität der Ringe nach der kinematischen Theorie . .5

3) Intensität der Ringe nach der dynamischen Theorie . . .7

4) Einfluß der Kristallitgröße auf die Ringintensitäten. 12

5) Einfluß von Temperatur und Textur der Folie auf die Ringintensitäten. 13

C Streukörper und Meßanordnung 15

1) Präparation und Schichtdickenmessung. 15

2) Veränderung der Kristallitgröße 16

3) Die Interferenzapparatur. 18

4) Registrierbedingungen. 19

D Ergebnisse. 20

1) Das Debye - Scherrer Diagramm des Silbers 20

2) Auswerteverfahren 23

3) Die relativen Ringintensitäten. 26

4) Meßgenauigkeit und Texturkorrektur. 36

5) Höhe und Breite der Ringe 38

6) Der elastische Streuuntergrund. 40

7) Unelastische Streuung 40

8) Die absoluten Intensitäten. 43

E Zusammenfassung. 47

A Einleitung

Bei Streuexperimenten mit Elektronen im Energiebereich von 10 bis 60 keV wurde von verschiedenen Autoren[1-7] beobachtet, daß die gemessenen Intensitäten der Interferenzmaxima von den nach der kinematischen Theorie berechneten Werten abweichen. So fand z.B. Lennander[8] bei seinen Untersuchungen an polykristallinen Al-, Ag- und Au-Schichten, daß für die 111 und 200 Ringe die experimentell bestimmten Atomformfaktoren wesentlich geringer sind als die theoretisch berechneten. M. Horstmann und G. Meyer[9] haben gezeigt, daß im Falle polykristalliner Al-Schichten diese Diskrepanzen auf dynamischen Effekten beruhen. Die gemessenen Ringintensitäten stimmen sehr gut mit den Werten überein, die man nach dem Zweistrahlfall der dynamischen Theorie erwartet.

In der vorliegenden Arbeit wird über Untersuchungen an polykristallinen Silberschichten berichtet, die mit einer Gegenfeldanordnung durchgeführt wurden. Die untersuchten Probleme sollen hier kurz zusammengestellt werden.

Die gemessenen relativen Ringintensitäten sollen mit den Aussagen der kinematischen und der dynamischen Theorie verglichen werden. Während die relativen Ringintensitäten nach der kinematischen Theorie von der Größe der Kristallite in der Folie und der Wellenlänge der einfallenden Elektronen unabhängig sind, ergibt sich nach der dynamischen Theorie eine Abhängigkeit von diesen Parametern. Da sich die gemessenen Ringintensitäten nicht durch die kinematische Theorie beschreiben lassen, soll ihre Abhängigkeit von der Kristallitgröße bzw. Wellenlänge besprochen werden. (Abschnitt D 3)

In Abschnitt D 4 soll eine Diskussion der Fehler erfolgen, die bei den relativen Intensitätsmessungen auftreten können.

Als Maß für die Ringintensität wird die Fläche des Ringprofils in den Registrierkurven benutzt. Da häufig die Höhe des Ringprofils als Intensitätsmaß verwendet wird, soll der Quotient von Fläche und Höhe für verschiedene Ringe bestimmt werden. Dieser Quotient ist die integrale Breite der Ringe.

Er soll mit der Halbwertsbreite verglichen werden. (Abschnitt D 5)

Für zwei Folien soll der Verlauf des kontinuierlichen Untergrundes im gefilterten Diagramm angegeben werden. (Abschnitt D 6) "Gefiltert" heißt, daß der Energieverlust der registrierten Elektronen höchstens 2,5 eV beträgt.

In Abschnitt D 7 soll der Verlauf der Ringintensitäten und des Untergrundes der ungefilterten und gefilterten Diagramme verglichen werden. "Ungefiltert" heißt, daß alle Elektronen mit Energieverlusten bis maximal 400 eV erfaßt werden.

Neben den relativen Messungen sollen die Intensitäten des Primärstrahls, der Ringe und des Untergrundes des Debye - Scherrer Diagramms für verschiedene Beschleunigungsspannungen und Schichtdicken absolut bestimmt werden. (Abschnitt D 8)

B Elektronenstreuung an polykristallinen Schichten

1) Systematik der Streuprozesse

In den folgenden Abschnitten wird die Theorie der Streuung mittelschneller Elektronen an polykristallinen Folien kurz beschrieben.
Eine polykristalline Folie besteht aus vielen einzelnen Kristalliten, die im Idealfall völlig regellos orientiert sind.
Bei der Streuung der Elektronen unterscheidet man ganz allgemein zwei verschiedenartige Streuprozesse: die unelastische und die elastische Streuung.
Die unelastische Streuung ist mit einer Energieabgabe der Elektronen an den Streukörper verbunden. Unelastisch gestreute Elektronen treten in allen Streugruppen auf: im Primärstrahl, in den Ringen und im kontinuierlichen Untergrund des Debye - Scherrer Diagramms.
Die elastische Streuung, bei der die Energie der Elektronen erhalten bleibt, wird durch die in der Schicht vorhandene Potentialverteilung verursacht. Die periodische Poten-

tialverteilung der einzelnen Kristallite führt zu den Interferenzmaxima. Das Debye - Scherrer Diagramm einer polykristallinen Folie entsteht durch inkohärente Überlagerung aller Intensitäten, die von den einzelnen Kristalliten ausgehen.
In den Debye - Scherrer Diagrammen des Silbers ist neben den Interferenzringen ein kontinuierlicher Untergrund vorhanden. Dieser Untergrund kann verschiedene Ursachen haben:

a) Streuung an statistisch verteilten Gitterfehlern in den Kristallen
b) Streuung an statistisch verteilten Fremdatomen
c) Temperaturschwingungen der Atome
d) Mehrfachstreuung der Elektronen in der Schicht.

Theoretisch am besten zu übersehen ist die elastische Streuung im kristallinen Teil der Folie, die in den folgenden Abschnitten nach der kinematischen und nach der dynamischen Streutheorie behandelt wird.

2) Intensität der Ringe nach der kinematischen Theorie

Eine kurze Übersicht über Voraussetzungen und Ergebnisse der kinematischen Theorie soll von der Streuung am Einzelatom ausgehen. In der kinematischen Theorie geht man von der Annahme aus, daß alle im Potentialfeld eines Atoms angeregten Streuwellen schwach sind gegen die Welle der einfallenden Elektronen (Bornsche Näherung). Unter dieser Voraussetzung läßt sich die Streuwelle in großer Entfernung vom Streuzentrum durch die Fouriertransformierte der Potentialverteilung beschreiben. Diese Fouriertransformierte wird beim Einzelatom als Atomformamplitude für Elektronen (f_e) bezeichnet. Unter der Annahme kugelsymmetrischer Potentialverteilung sind die Atomformamplituden für viele Atome berechnet. Hält man die Ordnungszahl Z fest, so hängt f_e nur von dem Parameter $\sin\vartheta/2 / \lambda$ ab. Dabei ist ϑ der Streuwinkel und λ die Wellenlänge der Elektronen.

Für einen hinreichend ausgedehnten, fehlerfreien Kristall

kann man das periodische Potential in eine Fourierreihe mit den Strukturamplituden V_g [x] als Koeffizienten zerlegen. Bei bekanntem Aufbau der Elementarzelle lassen sich die Strukturamplituden aus den Atomformamplituden berechnen. Dabei nimmt man an, daß die Potentialverteilung am Einzelatom bei dem Aufbau eines fehlerfreien Kristallgitters aus diesen Atomen nicht verändert wird. Für die kubisch-flächenzentrierte Elementarzelle des Silbers mit der Gitterkonstante a = 4,08 Å ergibt sich:

$$V_g = \frac{4\,\beta}{\pi\, a^3} f_e\left(\left|\frac{\sin \vartheta_g/2}{\lambda}\right|\right) \text{ [V]} \qquad (1)$$

Dabei ist β [VÅ^2] eine Konstante; für Elektronen im nichtrelativistischen Energiebereich gilt: β = 150 VÅ^2. Die Strukturamplituden sind reell und hängen nur vom Betrag des Parameters $\sin \vartheta_g/2 / \lambda = |g|/2a$ ab. Die Atomformamplituden und die daraus berechneten Strukturamplituden sind für einige Reflexe in Tabelle 1 angegeben. Die Atomformamplituden wurden durch Interpolation der von Ibers und Vainsthein[10] für $\sin \vartheta/2 / \lambda$ = 0,1; 0,2 Å^{-1} usw. berechneten Werte gewonnen.

g	111	220	311	422	620	
f_e T = 0° K	5,4	3,33	2,78	1,67	1,16	Å
f_e T = 300° K	5,2	3,04	2,45	1,27	0,73	Å
V_g T = 0° K	15,2	9,4	7,8	4,69	3,26	V
V_g T = 300° K	14,7	8,55	6,87	3,55	2,05	V

Tabelle 1

Atomformamplituden und Strukturamplituden für Silber ohne und mit Temperaturkorrektur (T = 0° bzw. 300° K; siehe auch Abschnitt B 5).

Ist D [Å] die Dicke der Kristallplatte in Strahlrichtung so erhält man nach der kinematischen Theorie für die gesamte Intensität eines Reflexes:

---

[x] steht für das Millersche Indextripel (h, k, l)

$$J_{\S kin} = j_o F A_\S^2 \qquad (2)$$

Dabei ist vorausgesetzt, daß der Reflex maximal angeregt wird (Anregungsfehler verschwindet).

$j_o F$ [A] ist die Intensität des Primärstrahls (j_o Strahlstromdichte; F bestrahlte Fläche).

$A_\S$ steht für das Produkt $(\pi \beta^{-1} V_\S D \lambda)$.

Bei der Berechnung der Ringintensitäten des Debye - Scherrer Diagramms einer polykristallinen Folie überlagert man die Intensitäten inkohärent, die von den N gleichzeitig bestrahlten Kristalliten ausgehen. Wenn die Orientierung der Kristallite völlig regellos ist, ergibt sich für die Intensität eines Ringes $\S$:

$$I_{\S kin} = j_o \frac{A_\S^2}{D^2} \frac{N p_\S M a^3 \lambda}{16 \sin^{\vartheta_\S}/_2} \qquad (3)$$

Dabei ist:

M die Anzahl der Atome pro Kristallit und

$p_\S$ die Flächenhäufigkeitszahl zum Ring $\S$.

Zur Prüfung der kinematischen Theorie werden häufig die Messungen relativer Ringintensitäten herangezogen. Man bestimmt dabei den Quotienten der Intensität zweier Ringe. Nach Gleichung (3) muß dieser Quotient unabhängig von der Wellenlänge und der Kristallitgröße sein, wenn die Voraussetzung der kinematischen Theorie erfüllt ist.

3) Intensität der Ringe nach der dynamischen Theorie

a) Mehrstrahlfall

In der dynamischen Theorie untersucht man das Wellenfeld, das sich in einem Kristall ausbreitet, wenn eine ebene Elektronenwelle den Kristall trifft. Dieses Wellenfeld läßt sich aus beliebig vielen, im Grenzfall

unendlich vielen ebenen Partialwellen zusammensetzen. Die in den Außenraum gelangenden Interferenzwellen erhält man durch stetige Fortsetzung dieser Partialwellen. In der kinematischen Theorie setzt man voraus, daß die Partialwellen schwach sind gegen die einfallende Welle. In der dynamischen Theorie versucht man die Lösung des Streuproblems ohne diese Voraussetzung zu gewinnen.

Eine Lösung des homogenen, linearen Gleichungssystems, das sich aus der Schrödinger Gleichung für die Wellenvektoren und die Amplituden der Partialwellen ergibt, ist für den allgemeinen Fall nicht möglich. Unter vereinfachten Voraussetzungen wurden explizite Berechnungen nach verschiedenen Methoden durchgeführt:

1) Berechnung höherer Ordnungen der Bornschen Näherung[11)]
2) Anwendung des Huygensschen Prinzips für hintereinander geschaltete Flächengitter[12)]
3) Einführung von Streumatrizen.[13) 14)]

Zur folgenden Berechnung der Intensitäten der Reflexe eines Einkristalls und einer polykristallinen Schicht für den Lauefall werden Streumatrizen[14)] verwendet. Man geht von einem planparallelen, senkrecht zur Einschußrichtung hinreichend ausgedehnten Kristall der Dicke D aus. Auf die Vorderseite trifft eine Welle mit der Amplitude U_o^e . Die Amplituden der an der Rückseite austretenden Interferenzwellen werden mit U_g^a bezeichnet. Der Zusammenhang zwischen der eintretenden und den austretenden Wellen wird durch eine lineare Matrixgleichung hergestellt:

$$\breve{U}^a = \begin{pmatrix} U_o^a \\ \vdots \\ U_g^a \\ \vdots \end{pmatrix} = \mathfrak{M}\,\breve{U}^e = \begin{pmatrix} M_{oo} \cdots M_{og} \cdots \\ \vdots \qquad \vdots \\ M_{go} \cdots M_{gg} \cdots \\ \vdots \qquad \vdots \end{pmatrix} \begin{pmatrix} U_o^e \\ 0 \\ 0 \\ \vdots \end{pmatrix} \qquad (4)$$

Die Streumatrix $\mathfrak{M}$ läßt sich als Produkt der Phasenmatrix $\mathfrak{P}$ und der Matrix $\mathfrak{A}$ schreiben. Die Berechnung der Reflexintensitäten geschieht allein mit Hilfe der

Matrix Q , die bei [14] aus den Grundgleichungen der dynamischen Theorie abgeleitet ist.

$$Q = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{n!} (-i\pi\beta^{-1}\lambda D)^n \left[g^{-1}(\mathfrak{V} + \mathfrak{F}) \right]^n \qquad (5)$$

Dabei ist

g^{-1} eine Diagonalmatrix mit den Elementen $G^{-1} = (\cos \vartheta_{g/2} / \lambda)^{-1}$. Für die weiteren Betrachtungen ist G^{-1} 1 gesetzt (Lauefall).

$\mathfrak{V}$ enthält als Elemente die Fourierkoeffizienten des Kristallpotentials $V_{gg} = V_{g-g}$ [V].

$\mathfrak{F}$ ist eine Diagonalmatrix mit den Elementen

$$F_{gg} = \beta \left[k^2 - (k + g/a)^2 \right] \quad [V] \qquad (6a)$$

Die Elemente F_{gg} werden als Anregungsfehlerpotential bezeichnet [14]. Sie sind bei fest vorgegebener Einschußrichtung eine Funktion von $|k| = 1/\lambda$.

Für die Intensität eines Einkristallreflexes ergibt sich:

$$J_g = |U_g^a| = |Q_{g0}|^2 |U_0^e|^2 \qquad (7)$$

Aus (5) erhält man eine Reihendarstellung für $|Q_{g0}|^2$. Da das kubisch - flächenzentrierte Gitter des Silbers ein Symmetriezentrum hat, ist $\mathfrak{V}$ symmetrisch und die Elemente V_{gg} sind reell. Für einen solchen Fall enthält die Reihe nur gerade Potenzen von A_g :

$$|Q_{g0}|^2 = A_g^2 \left[1 + \sum_{n=1}^{\infty} A_g^{2n} C_{2n}(F,V) \right] \qquad (8)$$

Die in (8) enthaltenen Koeffizienten $C_{2n}(F,V)$ sind Funktionen des Anregungsfehlerpotentials und der Fourierkoeffizienten des Kristallpotentials aller Elemente aus der Matrix $(\mathfrak{V} + \mathfrak{F})$. Sie ergeben sich als Produktsummen beim Potenzieren der Matrix $(\mathfrak{V} + \mathfrak{F})$. Die Intensität eines Einkristallreflexes (8) ist für den allgemeinen Mehrstrahlfall nicht nur eine Funktion von

A_g ($\sim V_g D\lambda$), sondern hängt in sehr komplizierter Weise von der Kristallitgröße D, der Wellenlänge λ und den Fourierkoeffizienten des Potentials ab.

Für zwei Spezialfälle lassen sich die Koeffizienten $C_{2n}(F,V)$ wesentlich vereinfachen. Im ersten Fall wird die Kopplung aller Streuwellen betrachtet, die im reziproken Gitter zu den Vektoren $n \cdot g$ gehören. Im zweiten Fall betrachtet man die Kopplung aller Streuwellen, deren Punkte im reziproken Gitter in einer bestimmten Ebene liegen. Diese Ebene steht senkrecht auf der Einschußrichtung und geht durch den Punkt g. Für diese beiden wichtigen Spezialfälle lassen sich die Anregungsfehlerpotentiale aller betrachteten Reflexe σ_g durch das Anregungsfehlerpotential F_{gg} ausdrücken.

Im Zusammenhang mit den Messungen interessiert die Frage, in welcher Weise die Intensität der Ringe im Debye - Scherrer Diagramm von λ und D abhängt. Diese Frage läßt sich für die beiden Spezialfälle beantworten: Der Quotient I_{dyn}/I_{kin} eines Debye - Scherrer Ringes hängt nur von dem Produkt $\lambda \cdot D$ ab. Die Abhängigkeit von den Fourierkoeffizienten des Kristallpotentials ist sehr kompliziert. Die Ableitung dieses Ergebnisses verläuft in ähnlicher Weise wie die Rechnung, die im nächsten Abschnitt für den Zweistrahlfall durchgeführt wird.

b) Zweistrahlfall

Wenn man annimmt, daß nur zwei Partialwellen im Kristall angeregt sind - die Primärwelle und die Welle zum Reflex g - kann die Intensität dieses Reflexes aus den Gleichungen (5) und (7) in geschlossener Form angegeben werden:
Die Matrix $(10+5)$ ist für diesen Spezialfall quadratisch vom Rang 2.

$$\left[10+5\right] = \begin{vmatrix} V_0 & V_g \\ V_g & V_0+F_{gg} \end{vmatrix} \qquad (9)$$

Für die Intensität hinter der Kristallplatte ergibt sich:

$$J_{g\,dyn} = j_o F \frac{\sin^2 A_g \sqrt{1 + F_{gg}^2/4V_g^2}}{1 + F_{gg}^2/4V_g^2} \qquad (10)$$

Zur Berechnung der Intensität der Ringe im Debye - Scherrer Diagramm setzt man voraus, daß alle bestrahlten Kristallite (N) völlig regellos orientiert sind und in Strahlrichtung gleiche Dicke D besitzen. Die inkohärente Überlagerung der von den einzelnen Kristalliten ausgehenden Intensitäten kann man ersetzen durch die Intensitätsverteilung eines Kristalliten, der gegenüber der einfallenden Welle alle vorkommenden Orientierungen durchläuft. Man erhält dann:

$$I_{g\,dyn} = \frac{N p_g}{4\pi} \int_0^{2\pi} \int_{-\pi/2}^{+\pi/2} J_{g\,dyn} \sin\alpha \, d\alpha \, d\varphi \qquad (11a)$$

Aus der Definition des Anregungsfehlerpotentials (Gleichung 6a) folgt:

$$\frac{d(F_{gg}/2V_g)}{d\alpha} = \frac{\beta |g|}{(V_g \lambda a)} \sin\alpha \qquad (6b)$$

Setzt man (6b) in Gleichung (11a) ein, so erhält man:

$$I_{g\,dyn} = j_o F \frac{N p_g a V_g \lambda}{2\beta |g|} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\sin^2 A_g \sqrt{1 + F_{gg}^2/4V_g^2}}{1 + F_{gg}^2/4V_g^2} \, d\left|\frac{F_{gg}}{2V_g}\right| \qquad (11b)$$

Die Integration wird ohne großen Fehler von $-\infty$ bis $+\infty$ geführt, da der Integrand mit wachsendem $F_{gg}/2V_g$ sehr stark abnimmt.
Blackman[15] gibt für das oben stehende Integral eine Transformation an, die Gleichung (11b) in

$$I_{g\,dyn} = I_{g\,kin} \frac{1}{A_g} \int_0^{A_g} \mathfrak{J}(2x)\, dx \qquad (11c)$$

überführt. $I_{g\,kin}$ ist die Intensität des Ringes nach der kinematischen Theorie (Gleichung 3). $\mathfrak{J}_0(2x)$ ist die

Besselfunktion nullter Ordnung.
Gleichung (11c) zeigt, daß für den Zweistrahlfall der Quotient I_{dyn}/I_{kin} nur von A_g ($\sim \psi_g D\lambda$) abhängt. Dieser Quotient ist als Funktion von A_g graphisch in [9] angegeben.

4) Einfluß der Kristallitgröße auf die Ringintensitäten

Bei der Berechnung der Ringintensitäten nach der dynamischen Theorie war vorausgesetzt, daß alle Kristallite in Strahlrichtung gleich ausgedehnt sind. Der Quotient I_{dyn}/I_{kin} eines Ringes ist dann eine Funktion von $(D\lambda)$
Im allgemeinen wird eine mehr oder weniger breite Grössenverteilung vorliegen , die die Abhängigkeit von D verändert.
$G(D,D,C_1,\ldots C_n)$ sei eine solche Größenverteilung mit charakteristischen Parametern $C_1,\ldots C_n$ (z.B. Breite der Verteilung). D ist die mittlere Kristallitgröße. Schreibt man den Quotienten I_{dyn}/I_{kin} als Funktion $K(\lambda D)$ bei festgehaltener Kristallausdehnung D, so erhält man durch eine Mittelbildung den Quotienten:

$$\frac{\overline{I}_{dyn}}{\overline{I}_{kin}} = \frac{1}{\overline{D^3}} \int_0^\infty D^3\, G(D,\overline{D},C_1,\ldots C_n)\, K(\lambda D)\, dD \qquad (12)$$

Als Beispiel wird für den dynamischen Zweistrahlfall der Quotient $\overline{I}_{dyn}/\overline{I}_{kin}$ berechnet unter der Annahme, daß eine Rechteckverteilung zugrunde liegt:

$$G(D\ldots) = \begin{cases} 1/D_B & D_0 \le D \le D_0 + D_B \\ 0 & D < D_0;\ D > D_0 + D_B \end{cases}$$

Setzt man diese Größenverteilung in Gleichung (12) ein, so erhält man:

$$\frac{\overline{I}_{dyn}}{\overline{I}_{kin}} = \left[1 + \left(\frac{D_B}{2\overline{D}}\right)^2\right]^{-1} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n\, \overline{A}^{2n}}{(n!)^2 (2n+1)(2n+4)} \sum_{K=0}^{n} \binom{2n+4}{2k+1} \left(\frac{D_B}{2\overline{D}}\right)^{2k} \qquad (13)$$

Bei der Berechnung wurde die Besselfunktion, die nach

Gleichung (11c) in I_{dyn}/I_{kin} enthalten ist, in eine Reihe entwickelt.
$\overline{A}$ ist eine Abkürzung für $(\pi \beta^{-1} V_g D\lambda)$.

Gleichung (13) zeigt, daß der Quotient $\overline{I}_{dyn}/\overline{I}_{kin}$ nicht allein von $(\lambda \overline{D})$ abhängt, sondern daneben noch Potenzen von $\overline{D}$, bzw. $D_B/2\overline{D}$ enthält. Für eine schmale Größenverteilung ($D_B \approx 0$) geht (13) in die Gleichung (11c) über.

5) Einfluß von Temperatur und Textur der Folie auf die Ringintensitäten

a) Temperatureffekte

In den oben angestellten Überlegungen wird die Temperatur der Folie nicht berücksichtigt. Aus der Röntgenstrukturanalyse ist bekannt, daß durch thermische Streuung die Ringintensitäten verkleinert werden.
Im folgenden wird angenommen, daß der für Röntgenstreuung abgeleitete Korrekturfaktor auch für Elektronenstreuung gültig ist. Bei einer Temperatur T der Folie ergibt sich für die Strukturamplitude:

$$V_g(T) = V_g(0°K)\, e^{-M(\sin \vartheta_g/2 / \lambda, T)} \qquad (14)$$

Dabei ist:

$$M(\sin \vartheta_g/2 / \lambda, T) = \frac{6h^2 T}{\mu k \Theta^2} \left(\frac{\sin \vartheta_g/2}{\lambda} \right)^2 \left[\Phi\left(\frac{\Theta}{T}\right) + \frac{\Theta}{4T} \right] \qquad (15)$$

$T[°K]$ Folientemperatur
$\Theta[°K]$ Charakteristische Temperatur des Materials ($\Theta_{Silber} = 210°$ K)[16]
$\mu[g]$ Masse des Atoms
k Boltzmannkonstante
$\Phi(\Theta/T)$ Debyefunktion tabelliert in [16].

Die temperaturkorregierten Werte der Strukturamplituden und Atomformamplituden sind in Tabelle 1 angegeben (Abschnitt B 3).

b) Textureffekte

Bei der Ableitung der Ringintensitäten war vorausgesetzt worden, daß die Kristallite völlig regellos orientiert sind. Häufig treten jedoch Vorzugsorientierungen in den Folien auf. So lagern sich z.B. beim Aufdampfen der Folien bestimmte Kristallflächen bevorzugt parallel zur Unterlage an. Bei Silber sind es die Ebenen (1,1,1); (1,1,0) und (1,0,0)[17]. Weist die Folie teilweise eine solche Fasertextur auf, so treten bei einigen Ringen Bogensegmente höherer Linienstromdichte auf, wenn die Faserachse gegen die Einschußrichtung geneigt ist. Der Azimuthalwinkel der verstärkten Bereiche hängt vom Texturtyp und den Winkel zwischen Einschußrichtung und Faserachse ab. Die Unterschiede in der Intensitätsverteilung längs eines Ringes stellen ein Maß für den Texturgrad, die Länge der Bogensegmente ein Maß für die Verwacklung der Faserachse dar. Im allgemeinen wird man eine Mischung verschiedener Texturtypen z.B. der drei oben erwähnten bei Silberaufdampffolien feststellen. In der verwendeten Meßanordnung wird die Intensitätsverteilung längs eines Ringes nicht gleichzeitig gemessen werden. Die Intensität des Debye - Scherrer Diagramms wird radial mit einem Spalt abgetastet. Um die Intensitätsverteilung längs eines Ringes zu erhalten, dreht man die Folie bzw. die Faserachse gegen die Einschußrichtung. In einer Richtung senkrecht zur Drehachse der Folie erhält man einen verstärkten Bereich des untersuchten Ringes $\vec{s}$, wenn sich der Drehwinkel α und der Winkel im reziproken Gitter zwischen der Faserachse $\vec{a}$ und dem Vektor $\vec{s}$ zu 90° ergänzen, dh. $\sin\alpha = (\vec{a}\,\vec{s})/|\vec{a}||\vec{s}|$.
Aus dieser Beziehung kann man sich bei angenommener Faserachse den Intensitätsverlauf qualitativ herleiten. Es ergibt sich,[9] daß für die genannten Texturtypen der Einfluß der Textur weitgehend eliminiert wird, wenn man anstelle des Meßwertes bei $\alpha = 0^\circ$ den Mittelwert der Messungen bei $\alpha = 0^\circ$, 15°, 30° angibt.

Durch Vergleich zwischen dem gemessenen Intensitätsverlauf einiger Ringe und dem theoretischen Verlauf kann man den Einfluß der Textur auf die restlichen Ringe abschätzen. (Abschnitt D 4).

C Streukörper und Meßanordnung

1) Präparation und Schichtdickenmessung

Die Präparation der Silberschichten erfolgte in dem in [9] beschriebenen Aufdampfstand. Die Aufdampfapparatur besteht aus einem Metallsockel auf dem eine Glasglocke ruht. Der Rezipient wird mit Hilfe einer Öldiffusionspumpe (OT 100) und einer rotierenden Vorvakuumpumpe (FD 6) evakuiert. Die Aufdampfunterlage - i.a. KBr-Kristalle - wird an einem Kühlfinger befestigt und ist von einem Kühlzylinder umgeben, um die Adsorption von Fremdatomen zu vermeiden. Im Abstand von 23 cm befindet sich senkrecht unter der Unterlage die Bedampfungsquelle. Dazwischen sind zwei Blenden angeordnet, die die Unterlage gegen Strahlungsheizung vom Ofen und gegen Fremdatome aus der Halterung der Bedampfungsquelle abschirmen. Der Dampfstrahl aus dem Ofen wird zunächst auf einer Glasplatte aufgefangen, die beim Bedampfen für bestimmte Zeit aus dem Strahl geschwenkt wird.
Die Aufdampfbedingungen der zur Messung verwendeten Silberschichten sind im folgenden zusammengefaßt. Als Unterlage wurden mit Ausnahme der Folie A polierte KBr-Kristalle verwendet (5 x 5 mm^2 Kantenlänge). Beim Polieren wird die Oberfläche des Kristalls in regellos orientierte Kristallite aufgebrochen [18]. Dadurch soll eine ausgezeichnete Orientierung der Kristallite in der aufgedampften Folie verhindert werden. Folie A wurde auf einen dünnen Kohlefilm aufgedampft, da eine Schicht mit der Dicke von 100 Å nicht freitragend hergestellt werden konnte.

Zunächst wurde aus einem Al_2O_3 Tiegel gekühlte KBr-Kristalle bedampft. Es zeigte sich aber, daß sich der Texturgrad der Folie nicht wesentlich ändert, wenn man die Unterlage

bei Zimmertemperatur hält und ein Wolframband als Verdampfungsquelle benutzt.
Die Aufdampfbedingungen der zur Messung verwendeten Folien sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Folie	Unterlage	T	Ofen	p(Torr)	V(Å/s)	d(Å)	D(Å)
A	C-Film	25°C	W	10^{-5}	4	100	41
B	KBr	25°C	Al_2O_3	10^{-5}	2	240	50,5
C	KBr	-160°C	W	10^{-5}	8	270	58,5
D	KBr	25°C	W	10^{-5}	5	220	60
E	KBr	25°C	W	$5x10^{-6}$	6	455	61
F	KBr	25°C	W	$5x10^{-6}$	8	325	58
G	KBr	25°C	W	$5x10^{-6}$	6	175	62,5

Tabelle 2

Aufdampfbedingungen
Dabei ist:
T die Temperatur der Unterlage
p der Druck im Rezipienten
V die Aufwachsgeschwindigkeit
d die Schichtdicke
D die Kristallitgröße aus der Halbwertsbreite des 220-Ringes bestimmt.

Die aufgedampften Folien wurden in destilliertem Wasser von der Unterlage gelöst und auf Lectromesh von 100 µ Maschenweite aufgefangen. Bei Schichtdicken unter 200 Å reißt ein großer Teil der Folien beim Trocknen durch. Die Folien wurden nach etwa einer Stunde in die Interferenzapparatur eingebaut.
Zur Schichtdickenbestimmung wurde gleichzeitig mit dem KBr-Kristall eine halb abgedeckte Glasplatte bedampft. Die Höhe der dabei entstehenden Stufe wurde im Interferenzmikroskop ausgemessen. Die daraus ermittelten Schichtdicken sind in Tabelle 3 angegeben.

2) Veränderung der Kristallitgröße

Eine grobe Veränderung der Kristallitgröße wurde durch

verschiedene Aufdampfbedingungen erreicht (siehe Tabelle 3). Um einen möglichst hohen Wert für die Kristallitgröße zu erhalten, wurden einige Aufdampfunterlagen bei sonst gleichen Bedingungen erwärmt. Dabei war die höchste Temperatur 250° C. Die auf KBr-Kristalle aufgedampften Folien verloren weitgehend den polykristallinen Charakter. Auf Kohlefilm aufgedampfte Schichten blieben weiterhin texturfrei. Die größte durch Variation der Aufdampfbedingungen erreichte Kristallitgröße war 80 Å.

Um die Kristallitgröße einer Folie in der Interferenzapparatur zu verändern, wurden die Folien getempert. Dazu wurde der Folienhalter mit einem Ofen aus Tantalblech umgeben, der durch Strahlungsheizung die Schicht erwärmte. Der Druck betrug dabei etwa 10^{-5} Torr. Die Temperatur wurde mit einem Thermoelement aus Eisen-Konstantandrähten (0,1 mm$\varnothing$) am Lectromesh gemessen. In Tabelle 3 sind die Temperungsstufen für Folie C und D zusammengestellt.

	Folie C			Folie D		
Temperungs-stufe	T °C	t min	D Å	T °C	t min	D Å
0	-	-	58,5	-	-	60
1	125	10	73,5	175	20	65
2	160	5,5	80	195	15	Folie zerstört
3	195	3,5	81			

Tabelle 3

Bei Temperaturen unter 200° C wurde die Kristallitgröße in der Folie auch durch längeres Tempern kaum verändert. Bei Temperaturen um und über 200° C wurden die Folien zerstört. Bei der in Tabelle 3 angegebenen Schicht C waren nach der dritten Temperungsstufe nur noch einige Meshlöcher von einer Silberschicht bedeckt.
Die Zerstörung der Schichten bei Temperaturen, die weit unter dem Schmelzpunkt von Silber (960,5° C) liegen, hat möglicherweise folgende Ursachen: Es ist bekannt[19], daß

Silber auch bei niedrigen Temperaturen zu einer Konglomeratbildung neigt. In dünnen Schichten bilden sich dabei Risse, die zur Zerstörung der Folie führen. Auch wenn dünne Kohlefilme als Unterlage verwendet werden, zeigen die Schichten das gleiche Verhalten. Die Kohleschichten waren dabei so dünn gewählt, daß sie selbst nicht freitragend aufgefangen werden konnten. Erst der mit Silber bedampfte Kohlefilm hatte genügend Festigkeit und konnte in Wasser abgelöst und aufgefangen werden.
Es zeigte sich, daß auch durch Tempern der Folien die Kristallitgröße nur bis 80 Å erhöht werden konnte.

3) Die Interferenzapparatur

Die verwendete Interferenzapparatur ist in [20] ausführlich beschrieben. Im folgenden sind die wesentlichen Daten zusammengefaßt.
Das Objekt wird von einer Fernfokuskathode mit einem Elektronenstrahl der Divergenz 3×10^{-4} rad bestrahlt. Die Objektblende hat einen Durchmesser von 0,1 mm.
Der Folienhalter ist von einem Strahlungsofen und einem Kühlzylinder umgeben. Dieser Zylinder befindet sich auf der Temperatur der flüssigen Luft und verhindert durch Abschirmung der Ölmoleküle weitgehend das Aufwachsen einer Fremdschicht auf der Folie während der Meßzeit.
Das Objekt kann in einer Ebene senkrecht zum Strahl und um eine zum Strahl senkrechte Achse gedreht werden.
Die gestreuten Elektronen werden mit einem Faradaykäfig nachgewiesen, der sich am Ende der Gegenfeldanordnung befindet. Mit dieser Gegenfeldanordnung können Elektronen beliebiger Energie abgefiltert werden.
Der in den Faradaykäfig gelangende Strom wird mit einem Gleichstromverstärker verstärkt und von einem Lichtzeigergalvanometer angezeigt. Die Empfindlichkeit des Galvanometers und die der drei Verstärkerstufen wurden vor den Messungen geprüft. Dabei ergaben sich bei 100 cm Abstand der Registrierkamera vom Galvanometer folgende Empfindlichkeiten:
Galvanometer 6×10^{-9} A/mm

Galvanometer und Verstärkerstufe

1	2	3	
$3{,}7 \times 10^{-12}$	$3{,}9 \times 10^{-13}$	$1{,}2 \times 10^{-14}$	A/mm

Mit Hilfe eines Ayrtonshunts konnte der Galvanometerausschlag der Filmbreite angepaßt werden.

Die Gegenfeldanlage und der Faradaykäfig werden um das Objekt auf einem Kreis geschwenkt. Der Abstand zwischen dem Objekt und der Eintrittsblende der Meßanordnung beträgt 120 cm. Der Schwenkwinkel ist auf $\pm$ 0,1 rad begrenzt. Durch schrägen Einschuß kann man bis zu einem Streuwinkel von 0,2 rad messen.

Die Hochspannungserzeugung geschieht mit einem 100 kV Gleichspannungsgenerator, der aus einem Wechselspannungsstabilisator gespeist wird. Die Konstanz der Hochspannung beträgt etwa 5×10^{-4} während einer Stunde.

Das Vakuumsystem der Apparatur besteht aus drei hintereinander geschalteten Pumpen: einer Öldiffusionspumpe OT 100, einer Quecksilberpumpe Hg 12 und einer rotierenden Vorvakuumpumpe D 2. Wenn der oben erwähnte Kühlzylinder beschickt ist, stellt sich ein Enddruck von etwa 10^{-6} Torr ein.

4) Registrierbedingungen

Die Primärelektronen hatten eine Energie von 20 - 48 keV. Der Kathodenstrom betrug etwa 10^{-4} A.

Durch Herausnehmen der Folie aus dem Strahlengang konnte die Intensität des Primärstrahls gemessen werden. Die am Ort des Objekts vorhandene Strahlstromdichte schwankte zwischen 0,2 und 0,5 mA/cm^2. Daraus ergibt sich eine Erwärmung des bestrahlten Bereichs von 5 - 20° C [21].

Die Gegenspannung wurde auf folgende Werte eingestellt: 2,5 V bei der Messung gefilterter Diagramme, 400 V bei der Messung ungefilterter Diagramme. Die untere Grenze ergab sich aus der Energiebreite des Primärstrahls. Der Primärstrahl hat eine integrale Breite von 1,5 eV [20].

Das Gegenspannungspotential wurde bei der Messung ungefilterter Diagramme so hoch gelegt, um möglichst alle unelastisch gestreuten Elektronen zu erfassen.

Der Meßspalt von der Größe 0,55 x 4,5 mm^2 wurde mit einer Geschwindigkeit von 0,17 mm/s durch das Streudiagramm bewegt. Bei dieser Geschwindigkeit wurde keine Verfälschung der Ringprofile durch Zeitkonstanten der Meßanordnung (Galvanometer und Gleichstromverstärker) bemerkt. Synchron damit lief die Registrierkamera (Filmvorschub 1 mm/s).

Die Messungen des gefilterten Diagramms der Folie G zur Bestimmung der relativen Ringintensitäten wurde in einer zweiten Apparatur durchgeführt. Die Energie der Elektronen konnte hier auf 68 keV gesteigert werden. Die Registrieranordnung dieser Apparatur besteht aus einem Gleichstromverstärker (maximale Empfindlichkeit 4×10^{-15} A/mm) und einem Kompensationsschreiber. Die größere Breite des Registrierpapiers (28 cm) gegenüber der Filmbreite (12 cm) und die geringere Strichbreite der Registrierkurve erlaubte in diesem Fall eine genauere Auswertung.

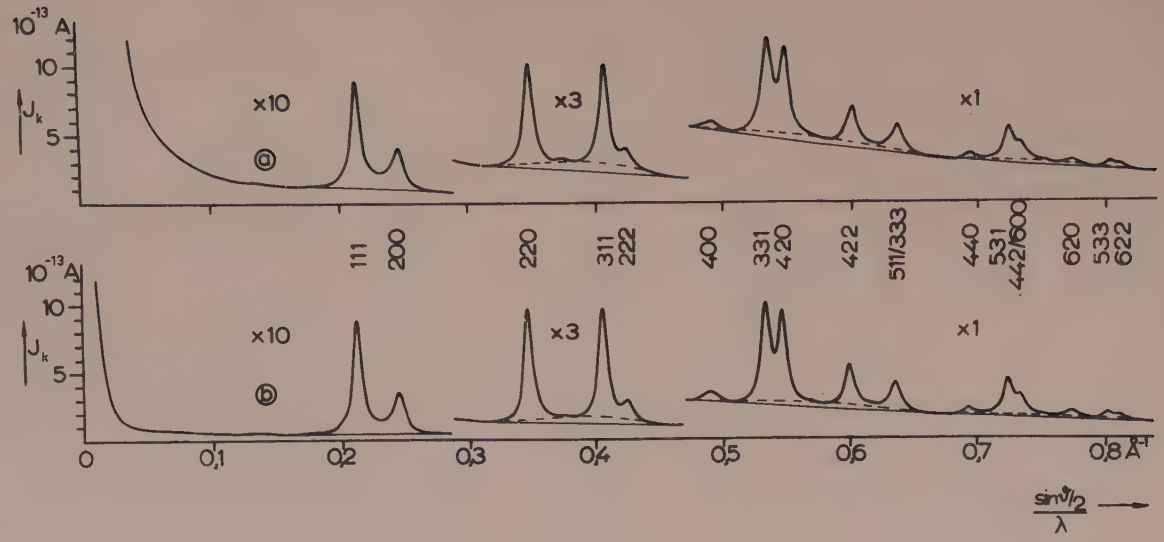
In allen Fällen wurden mehrere Registrierkurven bei gleichem Folienzustand und gleicher Elektronenenergie aufgenommen, um zufällige Schwankungen und durch die Meßanordnung bedingte Störungen zu eliminieren.

D Ergebnisse

1) Das Debye - Scherrer Diagramm des Silbers

In Figur 1 sind Beispiele eines ungefilterten und eines gefilterten Debye - Scherrer Diagramms der Folie G wiedergegeben, die repräsentativ für alle Meßkurven sind. Im einzelnen sind folgende Umstände bemerkenswert:

a) In den Debye - Scherrer Diagrammen tritt ein ausgeprägter elastischer Streuuntergrund auf. Aus den Messungen lassen sich die Ursachen dieses elastischen Untergrundes bei Silber nicht feststellen.



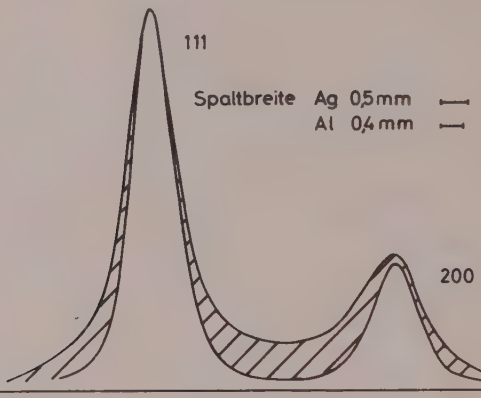
Figur 1

Ungefiltertes und gefiltertes Diagramm einer polykristallinen Silberschicht (Folie G: Schichtdicke 175 Å ; Kristallitgröße 58,5 Å). J_K = Käfigstrom Beschleunigungsspannung 47,5 kV; Meßspalt 0,55 x 4,5 mm^2 in 120 cm Abstand vom Objekt; Durchmesser der Objektblende 0,1 mm.

a) Ungefiltertes Diagramm: Gegenspannung 400 V; Intensität des Primärstrahls $3{,}7 \times 10^{-8}$ A.

b) Gefiltertes Diagramm: Gegenspannung 2,5 V; Intensität des Primärstrahls $4{,}1 \times 10^{-8}$ A.

b) Die Ringprofile sind bei den gemessenen Silberdiagrammen besonders in den Basen breiter als bei vergleichbaren Aluminiumdiagrammen. x Dieser Vergleich wird für die 111 und 200 Ringe in Figur 2 gezeigt.



Figur 2

Profil des 111 und des 200 Ringes aus dem gefilterten Diagramm einer polykristallinen Ag-Schicht (schraffierte Fläche) und einer polykristallinen Al-Schicht. Kristallitgröße aus der Halbwertsbreite des 220: Ag 59 Å; Al 58,5 Å. Beschleunigungsspannung: Ag 47,5 kV; Al 46 kV

Die Meßkurven, die in Figur 2 dargestellt sind, wurden bei etwa gleicher Beschleunigungsspannung und gleicher Kristallitgröße der Al- und Ag-Folie gewonnen. Die Kristallitgröße wurde aus der Halbwertsbreite des 220 Ringes bestimmt.

Die etwas verschiedenen Spaltbreiten bewirken eine etwas unterschiedliche Halbwertsbreite. Die in der Basis vorhandene starke Verbreiterung läßt sich dadurch nicht erklären.

c) Die Ringe treten im gefilterten Diagramm stärker aus dem Untergrund hervor als im ungefilterten Diagramm.

d) Der Abfall des Primärstrahls und der Ringe mit wachsendem Streuwinkel ist im gefilterten Diagramm steiler als im ungefilterten Diagramm.

e) Besonders in den gefilterten Diagrammen lassen sich

x Messungen von Dr. M. Horstmann und Dr. G. Meyer

kleine Ringe erkennen, die nicht dem Debye - Scherrer Diagramm des Silbers angehören. So treten vor allem in der Basis des 111-Ringes und zwischen den Ringen 220 und 311 derartige Reflexe auf.

2) Auswerteverfahren

a) Abtrennung der Ringe vom Untergrund

Um die Intensität der Debye - Scherrer Ringe zu bestimmen, müssen die Ringe vom Untergrund abgetrennt werden. Der "wahre" Verlauf des Untergrundes ist nicht bekannt.

Es gibt zwei Möglichkeiten den Untergrund abzuziehen: Einmal kann man im Diagramm die Stellen aufsuchen, wo die Intensität der Ringe stark abgefallen ist und diese Punkte mit einer glatten Kurve verbinden. Das ist die ausgezogene Untergrundkurve in der Figur 1. Zum anderen hat man zur Abtrennung der Ringe die Möglichkeit, den Untergrund an den Verlauf der Registrierkurve anzupassen. (Die gestrichelte Kurve in Figur 1)

Wenn die Untergrundkurve nach dem ersten Verfahren abgetrennt wurde, wird im folgenden von einem "glatten Untergrund" gesprochen, beim Vorliegen der zweiten Kurve von einem "angepaßten Untergrund".

Die zweite Möglichkeit wurde in [22] gewählt und zwar mit folgenden Begründungen: Teilt man den Überlappungsbereich zweier Linien z.B. der 111 - 200 Ringe oder auch der 220 - 311 Ringe durch Spiegelung an der maximalen Ringhöhe auf, so erhält man bei glattem Untergrund einen Intensitätsüberschuß, der nicht durch Addition der gespiegelten Ringprofile erklärt werden kann. Wenn man dagegen annimmt, daß die Untergrundkurve durch Maxima und Minima verändert wird, so lassen sich die Ringe ohne Intensitätsüberschuß spiegeln. Diese Maxima und Minima werden in [22] als Interferenzen gedeutet, die von kleinen Kristalliten

herrühren. Die mit diesem Untergrundverlauf erhaltenen Ringintensitäten stimmen nach [22] im Falle polykristalliner Aluminiumfolien mit der kinematischen Theorie überein.

Bei den gemessenen Silberdiagrammen läßt sich nicht erkennen, welche der beiden extremalen Kurven dem "wahren" Untergrund am besten entspricht. Die bei der Spiegelung der Ringe über einem glatten Untergrund erhaltene Restintensität - etwa 5 % der gesamten Intensität im Falle der 111 - 200 Ringe und 6 % im Falle der 220 - 311 Ringe - wird möglicherweise durch Zusatzreflexe verursacht (Abschnitt D 1 e). Weder bei glattem noch bei angepaßtem Verlauf der Untergrundkurve ergibt sich eine Übereinstimmung der gemessenen Intensitäten mit den Intensitätswerten, die nach der kinematischen Theorie berechnet werden. Aus diesem Grund wurden in die Registrierkurven, die zur Messung der relativen Ringintensitäten dienten, beide Untergrundkurven eingezeichnet und die Intensität für beide Kurven ausgewertet.

b) Das Auswerteverfahren an den einzelnen Ringen

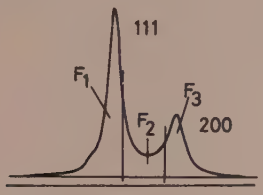
Nachdem die Untergrundkurven eingezeichnet waren, wurden die Höhen H der Ringe und des Untergrundes an der Stelle des Ringmaximums ausgemessen. Ferner wurde die Halbwertsbreite B der Ringe bestimmt. Die Flächen unter dem Ringprofil wurden mit einem Polarplanimeter bestimmt. Überlappende Ringe wurden nach folgenden Verfahren aufgeteilt. Dabei wurde angenommen, daß die Ringe symmetrisch sind.

Trennung von 111 - 200 (Figur 3a)
Die gesamte Fläche wurde durch senkrechte Geraden an den Stellen geteilt, wo die Intensität des einzelnen Reflexes auf den halben Wert abgesunken ist. Die sich ergebende Fläche F_2 wurde im Verhältnis F_1, F_3 aufgeteilt.

Trennung von 220 - 311 - 222

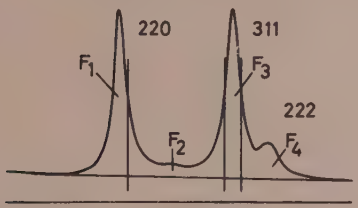
1) Glatter Untergrund (Figur 3b)

Die gesamte Fläche wurde durch drei Geraden in vier Teilflächen zerlegt. Da die Halbwertsbreiten von 220 und 311 übereinstimmen, wurde angenommen, daß die von 220 und 311 herrührenden Intensitätsanteile von F_2 den Höhen der beiden Reflexe entsprechen. Damit ist die Fläche des 220 bestimmt. Zur Bestimmung des 311 - Ringes wurde der doppelte aus F_2 berechnete Anteil zu F_3 addiert. Die Fläche des 222 ergab sich durch Subtraktion des aus F_2 für 311 berechneten Anteils von F_4.



Figur 3

a) Trennung der 111 - 200 Ringe



b) Trennung der 220 - 311 - 222 Ringe

2) Angepaßter Untergrund

Hier wurde der 222 Ring vom 311 Ring durch stetige Fortsetzung des 311 - Profils in den Untergrund getrennt.

Die Linien 422 - 511/333 wurden durch das für 111 - 200 verwendete Verfahren getrennt. Für andere Linien (331 - 420; 531 - 600; 533 - 622) war die Aufteilung nach diesem Verfahren nicht möglich, da sich die Ringe für den untersuchten Kristallitgrößenbereich zu stark überlappen. Hier wurde die Gesamtfläche unter dem Profil der beiden Ringe gemessen und im Verhältnis der Intensitäten aufgeteilt, die man nach der

kinematischen Theorie für die beiden Ringe erwartet.

3) Die relativen Ringintensitäten

Zur Messung der relativen Ringintensitäten wurden nur gefilterte Diagramme benutzt. Der Kontrast ist in den gefilterten Diagrammen wesentlich höher als in ungefilterten Diagrammen (Abschnitt D 7). Dadurch wird die Trennung des Ringprofils vom Untergrund erleichtert.

a) Vergleich mit der kinematischen Streuformel

In Abschnitt D 2 wurde die Separation der Ringprofile vom kontinuierlichen Untergrund beschrieben. Die Fläche unter dem Profil ist ein Maß für die Intensität der Ringe. Sie ist proportional zur Länge des Meßspaltes.
Als Bezugsreflex wurde der 220 - Ring gewählt. Im Vergleich zu anderen intensiven Reflexen wird er nur wenig von Nachbarringen gestört. Setzt man den Strukturfaktor des 220 - Ringes gleich 100, so erhält man für die relativen Strukturfaktoren nach der kinematischen Theorie:

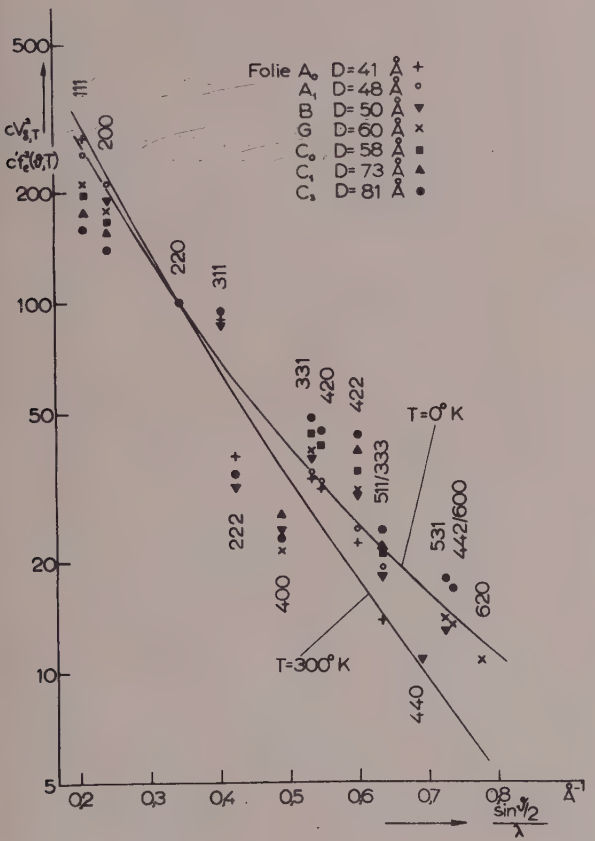
$$V_g(T)^2 = 100 \frac{F_g}{F_{220}} \frac{12}{p_g} \frac{|g|^2}{8} \qquad (16)$$

Dabei ist F_g bzw. F_{220} die Fläche der jeweiligen Ringprofile.

Die Ergebnisse einiger Messungen sind in Figur 4 bzw. Tabelle 4 dargestellt. Die angegebenen Werte sind die Mittelwerte aus mehreren Messungen bei festgehaltener Kristallitgröße und bei einer Beschleunigungsspannung von etwa 45 kV. Die Werte sind gemäß dem Texturgrad der Unterlage korrigiert (Abschnitt D 4). Die Kristallitgröße wurde aus der Halbwertsbreite des 220 - Ringes ermittelt.

Figur 4 zeigt einen Vergleich der Meßwerte, die man unter der Annahme eines glatten Verlaufs des konti-

nuierlichen Untergrundes erhält, mit der theoretischen Atomformfaktorkurve. Bei der Berechnung des relativen Verlaufs des Atomformfaktors ist eine Temperatur von 0° K bzw. 300° K zugrunde gelegt.



Figur 4

Vergleich der Meßwerte mit dem relativen Atomform- bzw. Strukturfaktor.
Beschleunigungsspannung 45 kV. Ringprofile über "glattem Untergrund" ausgewertet.
Die Kurven stellen den theoretischen Verlauf des Atomformfaktors für 0° K und 300° K dar.

Die gemessenen Werte lassen sich durch keine der beiden Kurven beschreiben. Betrachtet man nur Reflexe erster Ordnung, so fällt auf, daß die Meßwerte für

$cV_g(T)^2$ theoretisch			$cV_g(T)^2$ gemessen glatter Untergrund		
	0° K	300° K	Folie		
(h,k,l)			A_o D = 41 Å	C_o D = 58 Å	C_3 D = 81 Å
111	263	295	280 ± 4%	194 ± 5%	158 ± 6%
200	205	225	189 ± 8%	165 ± 6%	136 ± 7%
220	100	100	100	100	100
311	70	65	91 ± 9%	93,5±7%	95 ± 7,5%
222	63	58	38,9	35,6	34,7
400	43,5	36,5	-	-	23 ± 15%
331	35	27	34 ± 7%	44,3±7,5%	48,3±6,5%
420	32,5	25	31,5±7%	41 ± 7,5%	44,7±6,5%
422	25	17,7	22 ± 16%	37,5±15%	42,8±10%
511/333	21,5	14,4	13,9±7%	20,7±10%	24 ± 8%
			angepaßter Untergrund		
111	263	295	337	220	193
200	205	225	232	185	160
220	100	100	100	100	100
311	70	65	80,5	86	84,5
331	35	27	38,1	45,3	53
420	32,5	25	35,4	42,8	50,5
422	25	17,7	23,5	32,6	37,1
511/333	21,5	14,4	18,9	21,2	25,5

Tabelle 4

Theoretische Strukturfaktoren für 0° K und 300° K sowie die gemessenen Werte. In beiden Fällen ist der 220 - Ring Bezugsreflex.
Beschleunigungsspannung 45 kV. Die Fläche unter dem Ringprofil ist im oberen Teil der Tabelle für "glatten Untergrund", im unteren für "angepaßten Untergrund" bestimmt.

$|s| < |(2,2,0)|$ unterhalb der theoretischen Kurve liegen. Für $|s| > |(2,2,0)|$ liegen sie darüber. Die Meßpunkte für Reflexe zweiter Ordnung liegen wesentlich höher als die Meßpunkte benachbarter Reflexe erster Ordnung.

Tabelle 4 gibt die gemessenen Werte der relativen Strukturfaktoren für glatten und angepaßten Verlauf des Untergrundes numerisch an.

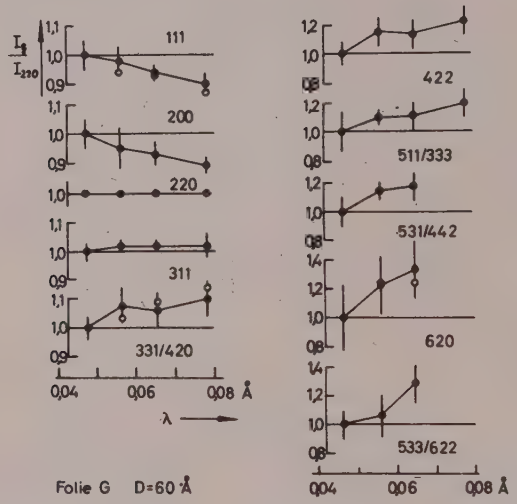
Die Abweichungen der Meßwerte von den theoretischen Werten und ihr Gang mit der Kristallitgröße lassen sich durch Extinktionseffekte erklären, die durch eine Kopplung der Partialwellenfelder im Kristall hervorgerufen werden. Die Untersuchung dieser Abweichungen soll im folgenden genauer beschrieben werden.

b) Abhängigkeit der Intensität von der Wellenlänge und der Kristallitgröße

Während nach der kinematischen Theorie der Quotient der Intensität zweier Ringe unabhängig von der Wellenlänge λ und der Kristallitgröße D ist (Abschnitt B 2), folgt für die dynamische Theorie eine Abhängigkeit von diesen Parametern (Abschnitt B 3). Diese Abhängigkeiten sollen jetzt einzeln geprüft werden.
Die Abhängigkeit der relativen Ringintensitäten von der Wellenlänge wird anhand von Figur 5 besprochen. Hier sind als Meßpunkte die für Folie G (D = 60 Å) erhaltenen Werte aufgetragen.
Die relativen Ringintensitäten sind auf den bei λ = 0,047 Å (68 kV) gemessenen Wert bezogen. Die Meßpunkte sind Mittelwerte mehrerer Einzelmessungen.

Figur 5 zeigt, daß die relativen Ringintensitäten für $|s| < |(2,2,0)|$ mit der Wellenlänge der eingeschossenen Elektronen abnehmen. Für $|s| > |(2,2,0)|$ steigen sie an und zwar im Mittel um so stärker je größer $|s|$ ist. Dieses Ergebnis hängt nicht davon ab, ob man die Intensität der Ringe über einen glattem oder angepaßten Untergrund bestimmt. In Figur 5 sind Meßpunkte für beide Verfahren angegeben: der "glatte Untergrund" ent-

spricht den ausgefüllten Symbolen; der "angepaßte Untergrund" den Kreisen. Bei anderen Folien ergibt sich für die relative Ringintensität in Abhängigkeit von λ ähnliches.

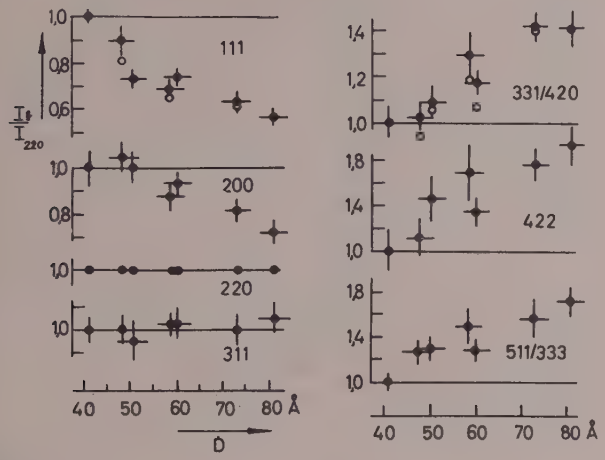


Figur 5
Abhängigkeit der relativen Ringintensität von der Wellenlänge

Das Verhalten der relativen Ringintensitäten in Abhängigkeit von der Kristallitgröße wird in Figur 6 gezeigt. Die Messungen wurden mit Beschleunigungsspannungen von etwa 45 kV ausgeführt. Die Kristallitgrößen wurden aus der Halbwertsbreite des 220 - Ringes gewonnen. Die relativen Ringintensitäten sind auf die Meßwerte bei 41 Å bezogen. Figur 6 zeigt, daß die Quotienten $I_{\text{ℓ}}/I_{220}$ in ähnlicher Weise von der Kristallitgröße abhängen wie von der Wellenlänge (Figur 5). Der Verlauf der relativen Ringintensitäten wird durch die Wahl des Untergrundes kaum beeinflußt ("glatter Untergrund": ausgefüllte Symbole; "angepaßter Untergrund": Kreise).

Figur 6 zeigt eine Abnahme der relativen Intensität des 111 - Ringes von 45 % bei einer Variation der Kri-

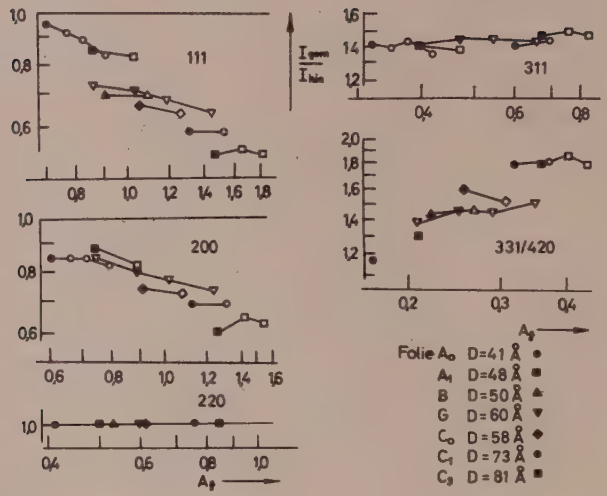
stallitgröße von 41 - 81 Å. Im Vergleich dazu erhält Kuwabara[7] eine Abnahme von 11 % bei einer Variation von 33 - 44 Å.



Figur 6
Abhängigkeit der relativen Ringintensitäten von der Kristallitgröße D gemessen mit 45 keV Elektronen

Um den Einfluß von Wellenlänge und Kristallitgröße vergleichen zu können, sind die Ergebnisse für verschiedene Wellenlängen und verschiedene Kristallitgrößen in Figur 7 zusammengestellt. Die gemessenen relativen Ringintensitäten sind auf die Werte bezogen, die man nach der kinematischen Theorie für eine Objekttemperatur von 300° K errechnet. Für den Bezugsreflex 220 wurde der Quotient I_{gem}/I_{kin} 1,0 gesetzt für alle Wellenlängen und Kristallitgrößen. Um die Abhängigkeit des Quotienten I_{gem}/I_{kin} von der Wellenlänge und der Kristallitgröße vergleichen zu können, wurden die Werte für die einzelnen Ringe über const. ($D\lambda$) aufgetragen. Dabei beziehen sich die ausgefüllten Symbole auf Messungen, die mit einer Beschleunigungsspannung von etwa 45 kV für verschiedene Kristallitgrößen D durchgeführt wurden. Zu jedem D gehören ein oder mehrere Meßpunkte bei verschiedener Wellenlänge λ. Sie sind durch die leeren Symbole gekennzeichnet, die durch Striche mit dem jeweiligen Meßpunkt bei

45 kV verbunden sind.



Figur 7

Abhängigkeit des Quotienten I_{gem}/I_{kin} von $A_g = (\pi \beta^{-1} V_g D\lambda)$ berechnet für T = 300° K.
Ausgefüllte Symbole bezeichnen Messungen bei etwa 45 kV.
Meßpunkte für gleiches D und verschiedenes λ sind durch Striche verbunden.

Aus Figur 7 erkennt man, daß sich I_{gem}/I_{kin} gegenüber einer Variation von λ bzw. D verschieden verhält. Bei gleicher Variation von λ bzw. D nimmt der Quotient mit der Kristallitgröße stärker ab bzw. stärker zu als mit der Wellenlänge.
Für drei Folien sind die Werte für I_{gem}/I_{kin} in Tabelle 5 angegeben.
Die Werte, die in Figur 7 und Tabelle 5 angegeben sind, beziehen sich auf eine glatte Untergrundkurve. Der Gang des Quotienten I_{gem}/I_{kin} und der verschiedene Einfluß von λ bzw. D bleibt bei anderer Abtrennung des Untergrundes erhalten.

c) Zusammenfassung und Diskussion

Zusammenfassend läßt sich zu den oben beschriebenen Ergebnissen sagen:

Folie	A_o D_{220} = 41 Å				G D_{220} = 60 Å				C_3 D_{220} = 81 Å			
(h,k,l)	564	607	655	725	470	562	648	780	585	663	724	10^{-4} Å
111	0,95	0,93	0,90	0,83	0,74	0,72	0,69	0,64	0,54	0,53	0,53	± 5%
200	0,84	0,84	0,85	0,81	0,84	0,79	0,77	0,73	0,61	0,64	0,63	± 7%
220	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	
311	1,40	1,38	1,42	1,35	1,41	1,44	1,44	1,43	1,46	1,49	1,46	± 8%
331/420	1,26	-	-	-	1,37	1,47	1,45	1,52	1,79	1,86	1,75	± 8%
422	1,25	-	-	-	1,57	1,68	1,66	1,73	2,42	2,69	-	± 12%
511/333	0,99	-	-	-	1,09	1,21	1,19	1,28	1,67	1,71	-	± 10%
531/442	-	-	-	-	1,47	1,68	1,74	-	-	-	-	± 9%
533/622	-	-	-	-	1,14	1,22	1,46	-	-	-	-	± 14%

Tabelle 5

I_{gem}/I_{kin} für verschiedene Kristallitgrößen und verschiedene Wellenlängen.
Die Werte haben die in der letzten Spalte angegebene Genauigkeit.
I_{kin} ist für 300° K berechnet.

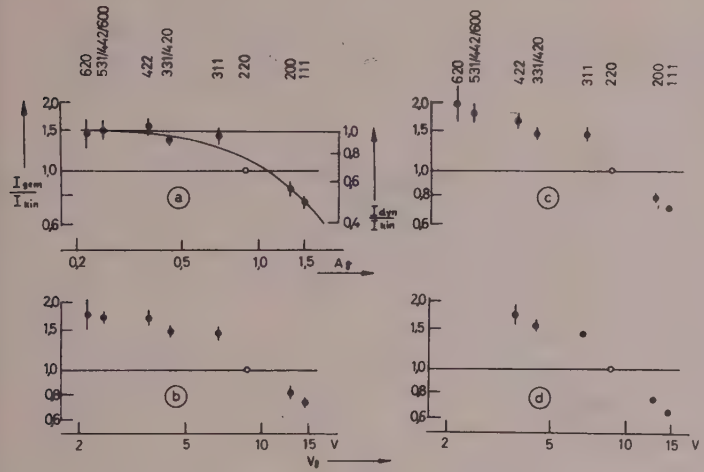
1) Die Intensität der Ringe weicht bei Silber schon bei 40 Å merklich von den nach der kinematischen Theorie erwarteten Werten ab (Figur 4).

2) Die Abhängigkeit von den Parametern Wellenlänge und Kristallitgröße (Figur 5, 6, 7) weisen auf dynamische Effekte hin. Die starke Veränderung der Intensität der Ringe 331/420 und der höher indizierten Reflexe in Abhängigkeit von λ und D zeigen, daß auch der Bezugsreflex 220 durch dynamische Effekte beeinflußt ist.

3) Die verschiedene Abhängigkeit des Quotienten I_{gem}/I_{kin} von der Wellenlänge und der Kristallitgröße (Figur 7) läßt sich qualitativ durch die Annahme einer breiten Kristallitgrößenverteilung erklären (siehe Abschnitt B 4). Darauf weisen auch die breiten Ringbasen hin (Abschnitt D 1).

Anschließend soll ein Vergleich der Meßwerte mit der Zweistrahlnäherung der dynamischen Theorie diskutiert werden, da nur für diesen Fall eine einfache Beziehung zwischen der Ringintensität und den Parametern D, λ und V_g besteht (Abschnitt B 3b).
In der dynamischen Theorie ist die Ausdehnung des Kristalls in Strahlrichtung wesentlich. Aus der Halbwertsbreite der Ringe wurde die Ausdehnung senkrecht zum Strahl gemessen. Man darf daher nicht erwarten, daß die Quotienten I_{gem}/I_{kin} mit den Werten von I_{dyn}/I_{kin} übereinstimmen, die man nach Gleichung (11c) für $A_g = (\pi \beta^{-1} V_g D \lambda)$ bestimmt. Zum Vergleich der Meßwerte mit der Zweistrahlnäherung wurde die Kurve, die sich für I_{dyn}/I_{kin} aus Gleichung (11c) ergibt, optimal für jede Kristallitgröße und Wellenlänge an I_{gem}/I_{kin} angepaßt. Figur 8 zeigt die Auftragung von I_{gem}/I_{kin} über V_g für die Folie G (D = 60 Å) und die verschiedenen Wellenlängen (a - d). In Figur 8a ist die theoretische Kurve I_{dyn}/I_{kin} an die Meßwerte angepaßt. Daraus ergibt sich für die Kristallitgröße in Strahlrichtung D_S ein bestimmter Wert. Nur, wenn man bei einer Folie für alle

Wellenlängen den gleichen Wert für die Kristallitgröße in Strahlrichtung erhält, kann man die Meßwerte durch den dynamischen Zweistrahlfall beschreiben. Bei allen gemessenen Silberfolien erhält man aber eine Wellenlängenabhängigkeit der Kristallitgröße D_S.



Figur 8

Vergleich der Messungen mit der dynamischen Zweistrahlnäherung. In allen 4 Figuren ist I_{gem}/I_{kin} über V_g doppelt logarithmisch aufgetragen.
In Figur 8 a ist auch die theoretische Kurve I_{dyn}/I_{kin} nach Gleichung (11c) über A_g aufgetragen.
(Ordinate rechts von 8 a, Abszisse unter 8 a).
Messungen an der Folie G (D = 60 Å) mit den Wellenlängen a) 0,047 Å; b) 0,0562 Å; c) 0,0648 Å; d) 0,078 Å.

Für die in Figur 8 dargestellten Meßpunkte der Folie G findet man:

λ	0,047	0,056	0,064	0,078	Å
D_S	106	97	86,5	75	Å

Dieses Ergebnis ist unabhängig davon, ob man die Fläche der Ringprofile über einem glatten oder einem angepaßten Untergrund bestimmt. Die Werte D_S nehmen immer mit wachsender Wellenlänge ab.

4) Meßgenauigkeit und Texturkorrektur

a) Meßgenauigkeit

In Abschnitt D 2 wurde gezeigt, daß sich der Verlauf des kontinuierlichen Untergrundes aus den gemessenen Debye - Scherrer Diagrammen nicht bestimmen läßt. Die Registrierkurven wurden daher für die beiden extremalen Untergrundkurven ausgewertet. Der Unterschied, der sich dabei für die relativen Strukturfaktoren ergibt, ist aus Tabelle 4 zu ersehen.

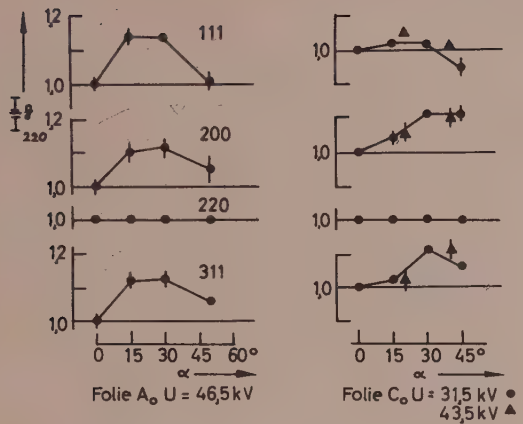
Wenn man die einzelnen Diagramme einer Meßserie mit einem glatten oder einem angepaßten Verlauf der Untergrundkurve auswertet, ergibt sich ein statistischer Fehler aus der Streuung der Meßgröße. Dieser statistische Fehler hat folgende Ursachen:
Inkonstanz der Meßanordnung
Zeitliche Veränderung des Objekts
Meßgenauigkeit beim Ausmessen der Ringfläche.

Daneben ist beim Zeichnen der Untergrundkurven mit dem Kurvenlineal ein Fehler möglich, der die Fläche eines Ringes für alle Diagramme einer Meßserie in gleicher Weise betrifft. Dieser Fehler wurde abgeschätzt und ist zusammen mit dem statistischen Fehler in den Tabellen und Figuren des Abschnittes D 3 angegeben.

b) Texturkorrektur

Bei den Messungen war die untersuchte Folie i.a. senkrecht zum Primärstrahl angeordnet. Dadurch entsteht für verschiedene Ringe ein systematischer Fehler, wenn die Folie eine Vorzugsorientierung besitzt.

In Abschnitt B 5 wurde gezeigt, daß die Textur der Folien durch Veränderung der Einschußrichtung untersucht werden kann. Für die Folien A_o und C_o sind die Änderungen der relativen Ringintensitäten für verschiedene Drehwinkel α der Folienormalen gegen den Primärstrahl in Figur 9 aufgezeichnet.



Figur 9

Abhängigkeit der relativen Ringintensität vom Winkel zwischen Folienormalen und Primärstrahl

Folie h,k,l	A_o	A_1	B	C_o	C_1	C_3	G
111	9	9	0	2	1	-3	10
200	8	8	3	5	5	2	11
220	-	-	-	-	-	-	-
311	8	8	2	4	4	3	14
222	9	9	0	2	1	-3	10
400	8	8	3	5	5	2	11
331	4,5	4,5	1	1,5	2	0,5	7
420	5	5	2,5	3,5	3	3	9
422	10	10	2,5	4,5	3,5	2	14
511/333	9	9	3	5	4	2,5	13

Tabelle 6

Texturkorrekturen in Prozent

Die Korrekturwerte, die an den relativen Ringintensitäten angebracht worden sind, wurden auf folgende Weise gewonnen:
Für die Ringe $|\xi| < |(2,2,2)|$ wurde die relative Ringintensität in Abhängigkeit vom Drehwinkel α gemessen. Die Korrektur wurde aus dem Mittelwert der Intensität bei $\alpha = 0^\circ$, 15° und 30° bestimmt. Durch Vergleich dieser Messungen mit dem theoretischen Verlauf der relativen Intensitäten bei verschiedenem Texturtyp und verschiedener Folienneigung, lassen sich die Korrekturwerte für $|\xi| \geq |(2,2,2)|$ abschätzen.
Die Korrekturwerte sind in Tabelle 6 zusammengestellt.

5) Höhe und Breite der Ringe

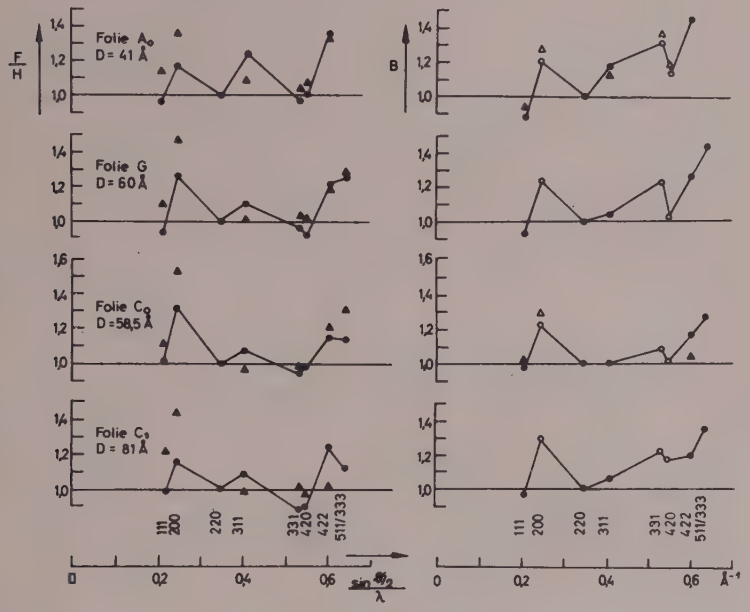
Als Maß für die Intensität der Ringe wurde in den vorhergehenden Abschnitten die Fläche unter dem Ringprofil benutzt. Häufig wird aber die maximale Höhe als Intensitätsmaß verwendet.

Der gemessene Zusammenhang zwischen der Fläche und der Höhe des registrierten Ringes ist auf der linken Seite der Figur 10 dargestellt.

Für den Bezugsreflex ist F/H 1,0 gesetzt. Der Quotient F/H weicht zum Teil recht stark von 1,0 ab, so z.B. bei dem 200 - Ring, aber auch bei höher indizierten Ringen. Die von Lennander[8] für 60 Å Kristalle gemessenen Werte stimmen recht gut mit den für C_o bei "glattem Untergrund" angegebenen Werten überein. In Abhängigkeit von der Wellenlänge und der Kristallitgröße zeigen die aus den Höhen bestimmten Ringintensitäten dasselbe Verhalten wie die Werte, die aus den Flächen erhalten wurden.

In gleicher Weise wie der Quotient F/H, die integrale Ringbreite, verändert sich auch die rechts aufgetragene Halbwertsbreite B. Zum Teil war es wegen der starken Überlappung zweier Ringe nicht möglich von einer Flanke des Ringprofils zur anderen zu messen. Dann wurde von der ungestörten Seite des Ringes bis zur maximalen Höhe (Mittelsenkrechte) des Ringes gemessen. Die auf diese Weise

erhaltenen Halbwertsbreiten sind durch die nicht ausgefüllten Symbole gekennzeichnet. Die Halbwertsbreiten sind auf etwa 5 % genau.



Figur 10

Abhängigkeit des Quotienten F/H und der Halbwertsbreite von $\sin\vartheta/\lambda$. Mit Kreissymbolen sind die Werte bezeichnet, die sich bei glattem Verlauf des Untergrundes ergeben. Mit Dreieckssymbolen werden die Werte bei "angepaßtem Untergrund" gekennzeichnet.

Zur Berechnung der Kristallitgrößen wurde die Halbwertsbreite des Ringes 220 verwendet. Die Ringprofile sind durch den Primärstrahl und den Meßspalt verbreitert. Diese Verfälschung wurde nach [9] eliminiert: Ist B die Halbwertsbreite des Ringes, so ergibt die Scherrerformel den Wert $D' = \lambda L/B$ (L = Abstand Objekt - Meßblende). Der Zusammenhang zwischen dem experimentellen Wert D' und der Kristallitgröße D wird nach [9] durch die Gleichung (17) hergestellt.

$$\frac{1}{D} = \frac{1}{D'} + cU \qquad (17)$$

Dabei ist U die Beschleunigungsspannung und c eine Konstante, die aus der Breite des Primärstrahls und der Spaltbreite bestimmt wird. Trägt man D′ als Funktion der Spannung U auf, so erhält man D durch Extrapolation.

Die so bestimmten Kristallitgrößen sind in Tabelle 7 zusammengestellt.

Folie	A_o	A_1	B	C_o	C_1	C_3	E	F	G	
D	41	48	50,5	58,5	73	81	61	58	60	Å

Tabelle 7
Kristallitgröße aus der Halbwertsbreite des 220 - Ringes.

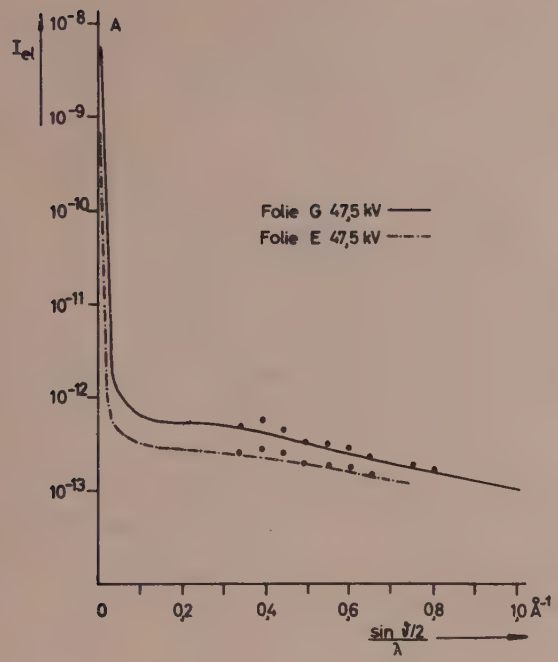
6) Der elastische Streuuntergrund

Die Debye - Scherrer Diagramme der untersuchten Silberschichten besitzen auch in gefilterten Diagrammen (Gegenspannung 2,5 V) einen intensiven Untergrund.
Die Winkelverteilung der Elektronen, die elastisch in den Untergrund gestreut wurden, ist für die beiden Folien G und E in Figur 11 dargestellt.
Der Verlauf des Untergrundes ist für jede einzelne Folie unabhängig von der Beschleunigungsspannung.

Es konnte nicht geklärt werden, welche Ursachen der elastische Untergrund hat. Die Streuung an Blendenrändern und am Folienträger kommt als Ursache nicht in Frage.

7) Unelastische Streuung

Bei den meisten experimentellen Arbeiten ist die Messung der relativen Ringintensitäten und der Winkelverteilung des Untergrundes ohne Filterung durchgeführt worden. Um die hier ausgeführten Untersuchungen mit den Messungen anderer Autoren vergleichen zu können, soll der Einfluß der unelastischen Streuung auf die Ringintensitäten und den Verlauf des Untergrundes geprüft werden.
Figur 12 zeigt den Quotienten der Ringflächen des ungefilterten und des gefilterten Diagramms.

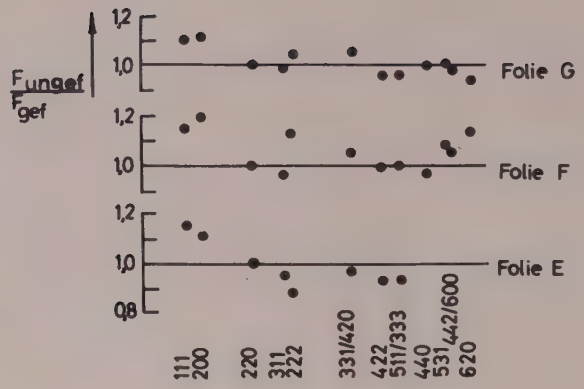


Figur 11

Winkelverteilung des elastischen Streuuntergrundes
Schichtdicke: Folie G 175 Å; Folie E 455 Å
Kristallitgröße: Folie G 60 Å; Folie E 61 Å
Primärstrahl 5 x 10^{-4} A/cm^2; Objektblende 100μ; Meßspalt 0,55 x 4,5 mm^2 in 120 cm Abstand vom Objekt.
Die Kreise geben den Verlauf des angepaßten Untergrundes wieder.

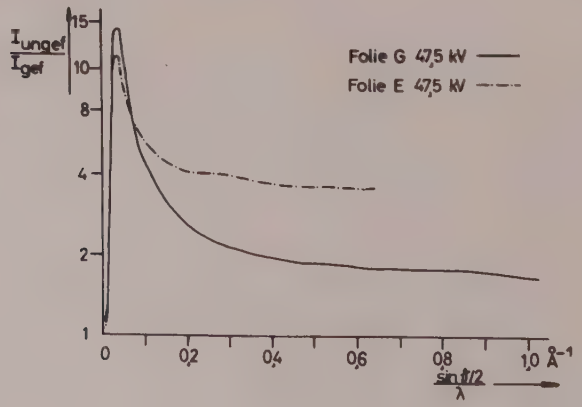
Für den Bezugsreflex 220 ist der Quotient 1,0 gesetzt. Der mögliche Fehler dieses Quotienten liegt bei 15 %. Die große Breite der Ringbasen vor allem im ungefilterten Diagramm macht ein genaueres Abtrennen des Ringprofils vom Untergrund unmöglich. Es ist wahrscheinlich, daß die großen Abweichungen für die Ringe 111 und 200 durch Fehler beim Abtrennen des Untergrundes entstehen.

Die Halbwertsbreite der Ringe ist im ungefilterten Diagramm um etwa 10 - 20 % größer als im gefilterten Diagramm.



Figur 12
Das Verhältnis der Ringflächen im ungefilterten und gefilterten Diagramm

In Figur 13 ist der Quotient I_{ungef}/I_{gef} für die Winkelverteilung des Untergrundes dargestellt.



Figur 13
I_{ungef}/I_{gef} für die Winkelverteilung des Untergrundes
Schichtdicke: Folie G 175 Å; Folie E 455 Å.

Der Kontrast, dh. der Quotient der Ringhöhe und der Höhe des Untergrundes, ist im ungefilterten Diagramm kleiner als im gefilterten. Der Kontrast nimmt mit der Beschleunigungsspannung zu und mit der Schichtdicke ab.

	Folie G d = 175 Å			Folie F d = 325 Å			Folie E d = 455 Å		
U	47,5	37,5	27,5	47,5	37,5	27,5	47,5	37,5	kV
111	6,3	4,5	3,6	2,9	1,7	1,2	2,2	1,5	
220	2,4	1,8	1,4	1,1	0,7	0,5	0,8	0,5	
422	0,6	0,4	0,3	0,3	0,2	-	0,2	0,2	
111	19	13,4	10,0	8	5,8	4,5	7,9	6,4	
220	5,4	4,7	3,6	4,0	2,5	1,8	2,8	2,3	
422	1,2	1,1	1,0	0,9	0,8	-	0,8	1,0	

Tabelle 8
Kontrast im ungefilterten (oben) und im gefilterten Diagramm (unten).

) Die absoluten Intensitäten

Bisher wurde die Messung der relativen Intensitäten beschrieben. Im folgenden werden die absoluten Intensitäten für die verschiedenen Streugruppen des Debye - Scherrer Diagramms : den Primärstrahl, die Ringe und den Untergrund angegeben.

Die Messungen wurden an den Folien E, F, G durchgeführt, die sich in der Schichtdicke unterscheiden. Die Kristallitgröße ist bei allen Folien gleich. Die Intensität des Primärstrahls wurde mit und ohne Folie mit dem Faradaykäfig gemessen. Die Intensität der Ringe erhält man durch Planimetrieren des Ringprofils und anschließende Integration über den Umfang des Ringes. Die Intensität des Untergrundes wird durch numerische Integration bestimmt.
Die gemessenen Werte sind in Tabelle 9 zusammengestellt.

Folie	U[kV]	n	ϑ_{grenz}	$\frac{\sin\vartheta/2}{\lambda}$ Å^{-1}	W elastisch			W unelastisch			ΣW_i	$\Sigma W_i + \Delta W$
					Primär	Ringe	Untergr.	P	R	U		
G	47,5	4	640	1,3	14,6 ± 0,6	11,2 ± 0,7	18,9 ± 1,3	3,5 ± 0,3	1,0 ± 0,3	23,2 ± 1,3	72,4	87 ± 5,5
d = 175 Å	37,5	4	620	1,1	10,9 ± 0,6	7,9 ± 0,3	14,7 ± 0,8	3,2	1,3 ± 0,1	30,6 ± 1,2	68,6	88 ± 4,4
D = 60 Å	27,5	3	511/333	0,95	6,3 ± 0,4	5,5 ± 0,4	13 ± 1,0	2,2 ± 0,1	1,9 ± 0,2	28,2 ± 2,3	57,1	84 ± 6,5
F	47,5	4	620	1,3	6,1 ± 0,1	4,6 ± 0,2	13,7 ± 1,1	2,7 ± 0,2	1,4 ± 0,3	32,7 ± 1,4	61,2	86 ± 6,3
d = 325 Å	37,5	4	511/333	1,1	2,7 ± 0,5	2,5 ± 0,1	10,5 ± 1,1	1,4 ± 0,1	0,9 ± 0,2	27,2 ± 1,1	45,2	75 ± 5,1
D = 58 Å	27,5	3	222	0,95	1,8 ± 0,2	1,2 ± 0,1	7,4 ± 0,4	1,1 ± 0,1	0,6 ± 0,1	25,8 ± 2,6	37,9	71 ± 5
E	47,5	4	442/600	1,3	1,8 ± 0,1	3,0 ± 0,2	12,2 ± 1,2	1,1 ± 0,1	0,9	30,4 ± 0,6	49,4	82 ± 4
d = 455 Å	37,5	4	420	1,1	1 ± 0,1	1,6 ± 0,1	8,6 ± 0,4	0,7 ± 0,1	0,8 ± 0,2	28,3 ± 2,3	41,0	83 ± 7
D = 61 Å												

Tabelle 9

Intensität der einzelnen Streugruppen bezogen auf die Intensität des einfallenden Primärstrahls
Dabei ist:

n	die Anzahl der Messungen
ϑ_{grenz}	der letzte planimetrierte Ring
$\sin\vartheta/\lambda$	die Meßgrenze für den Untergrund
ΣW_i	die gesamte Intensität des Streudiagramms
ΔW	die Korrektur nach Tabelle 10

Angegeben ist der Mittelwert und sein mittlerer Fehler

Die Werte sind auf die Intensität des Primärstrahles bezogen: $W = I/I_{primär} \times 100$. $W_{elastisch}$ gibt die Intensität aller elastisch gestreuten Elektronen an ($\Delta E \leq 2{,}5$ eV). $W_{unelastisch}$ gibt die Intensität der unelastisch gestreuten Elektronen an (2,5 eV $\leq \Delta E \leq$ 400 eV).

In der Tabelle 9 fällt auf, daß die gesamte gemessene Intensität ΣW_i zwischen 40 und 70 % der eingeschossenen Intensität liegt. Dieses Defizit liegt vor allem daran, daß man bei Ausnutzung eines maximalen Streuwinkels $\vartheta_{max} = 0{,}15$ rad bei dem flachen Verlauf der Winkelverteilung von Silber nur diesen Bruchteil der gestreuten Intensität erfaßt. Um abzuschätzen, wieviel insgesamt von der Folie gestreut wurde, wurde der Untergrund durch eine Kurve der Gestalt $const(\vartheta_0^2+\vartheta^2)^2$ stetig fortgesetzt. Die Korrekturen sind in Tabelle 10 zusammengefaßt.

		$\Delta W_{elastisch}$		unelastisch	ΔW
Folie	U(kV)	Ringe	Untergrund	Untergrund	
G	47,5	0,9	8,3 ± 0,4	6,2 ± 0,6	15,4 ± 1,0
	37,5	1,1	9,0 ± 0,5	9,8 ± 0,9	19,9 ± 1,4
	27,5	1,1	9,0 ± 1,3	16,8 ± 0,8	26,9 ± 2,1
F	47,5	0,5	9,4 ± 1,7	14,8 ± 1,8	24,7 ± 3,5
	37,5	0,5	7,8 ± 0,4	21,6 ± 2	29,9 ± 2,4
	27,5	0,6	8,3 ± 0,9	24,6 ± 0,6	33,5 ± 1,5
E	47,5	0,5	13,8 ± 0,9	18,2 ± 1,4	32,5 ± 2,3
	37,5	0,4	14,7 ± 3,1	27,4 ± 2	42,5 ± 5,1

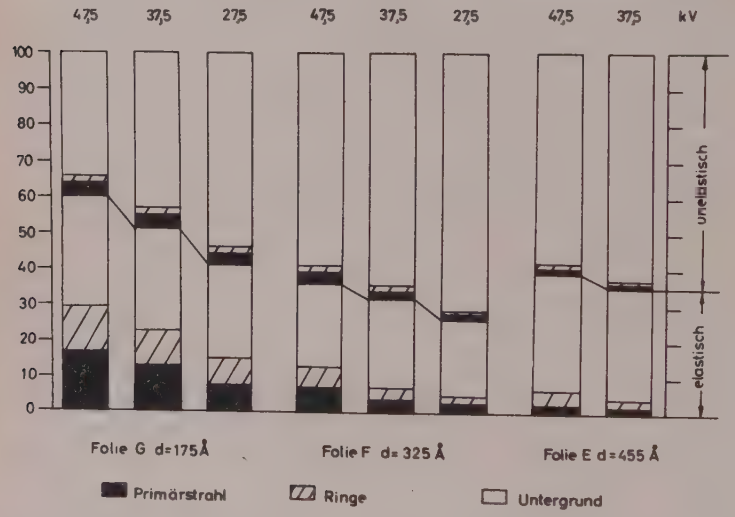
Tabelle 10

Abschätzung der bei der Messung nicht erfaßten Intensität der Ringe und des Untergrundes bezogen auf die Intensität des Primärstrahls.

Gleichzeitig enthält die Tabelle eine Abschätzung, welche Intensität die nicht planimetrierten Ringe liefern. Dazu

wurde angenommen, daß sich die außen liegenden Ringe kinematisch verhalten. Die Korrektur ergibt sich aus einer stetigen Fortsetzung des Atomformfaktors und einer näherungsweisen Berechnung der Flächenhäufigkeit p_g. Diese Korrekturwerte ΔW ergänzen die gemessenen Intensitäten ΣW_i auf größenordnungsmäßig 100 %.

In Figur 14 sind die Anteile der verschiedenen Streugruppen $W_i + \Delta W_i$ bezogen auf $\Sigma W_i + \Delta W$ aufgetragen.



Figur 14

Anteile der verschiedenen Streugruppen $W_i + \Delta W_i$ bezogen auf $\Sigma W_i + \Delta W$

Es ergeben sich folgende Sachverhalte:

a) Die Intensität des gefilterten Primärstrahls liegt zwischen 1 und 15 %. Sie nimmt mit wachsender Schichtdicke und wachsender Wellenlänge ab.

b) Das gleiche Verhalten zeigt die elastische Intensität der Ringe. Die Werte liegen je nach Schichtdicke und Beschleunigungsspannung für eine Kristallitgröße von 60 Å zwischen 1 und 14 %. Die Werte sind höher als die bei Aluminium für 130 bzw. 240 Å gemessenen Werte bei vergleichbarer Schichtdicke (Al: d=200 Å; Ag: d=175 Å; Folie G) [23].

c) Die Debye - Scherrer Diagramme aller gemessenen Folien besitzen einen elastischen Untergrund. Es ist bemerkenswert, daß seine Intensität kaum von der Schichtdicke und der Beschleunigungsspannung beeinflußt wird. Im Mittel ergibt sich etwa 25 %. Eine Prüfung hat ergeben, daß dieser Untergrund nicht durch Aufwachsen einer Fremdschicht während der Messung entsteht.

d) Ein großer Teil der Elektronen (zwischen 35 und 65 %) wird unelastisch gestreut. Dabei ist der Anteil der unelastisch gestreuten Elektronen im Untergrund wesentlich höher als in den Ringen und im Primärstrahl. Der Anteil der unelastisch gestreuten Elektronen beträgt im Untergrund zwischen 50 und 80 %, im Primärstrahl zwischen 20 und 40 % und in den Ringen zwischen 10 und 30 % je nach Beschleunigungsspannung und Schichtdicke. Dabei fällt auf, daß sich der Quotient aus der Intensität der unelastisch und elastisch gestreuten Elektronen im Untergrund bei einer Variation der Wellenlänge wesentlich stärker verändert als in den Ringen und im Primärstrahl.

E Zusammenfassung

1) Es wird die Herstellung polykristalliner Silberschichten beschrieben. Das Debye - Scherrer Diagramm dieser Schichten wird mit einer Gegenfeldanordnung gemessen, die es gestattet, unelastisch gestreute Elektronen abzutrennen.

2) Die gemessenen Werte der relativen Ringintensitäten lassen sich für Kristallitgrößen zwischen 40 Å und 80 Å sowie für Beschleunigungsspannungen zwischen 20 und 50 kV nicht durch die kinematische Theorie beschreiben.
Die Abhängigkeit der Intensität von der Wellenlänge und von der Kristallitgröße weist auf dynamische Effekte hin. Die etwas verschiedene Abhängigkeit von diesen beiden Parametern läßt sich qualitativ durch die Annahme einer Grössenverteilung in der Folie erklären. Darauf weisen auch

die breiten Ringbasen hin.

3) Die Halbwertsbreite und die integrale Breite der Ringe nehmen in gleicher Weise mit wachsendem Streuwinkel zu. Der 200 - Ring ist breiter als die Nachbarringe.

4) Der Quotient zwischen den relativen Ringintensitäten des ungefilterten und des gefilterten Diagramms ist innerhalb der Meßgenauigkeit konstant. Die Ringe sind im ungefilterten Diagramm breiter als im gefilterten. Der Quotient von ungefilterter und gefilterter Intensität des Untergrundes ist für $\sin \vartheta/2 / \lambda > 0{,}3$ Å konstant.

5) Es werden die absoluten Intensitäten für die verschiedenen Streugruppen im gefilterten und ungefilterten Diagramm in Abhängigkeit von der Schichtdicke und der Wellenlänge bestimmt. Dabei zeigt sich, daß etwa 50 % der eingestrahlten Intensität in Winkel $\vartheta < 0{,}15$ rad gestreut wird. Eine Abschätzung ergibt, daß die Intensität, die in Winkel $\vartheta > 0{,}15$ rad gestreut wird, die gemessene Intensität auf 100 % ergänzt.

Literaturverzeichnis

1) H.J. Yearin und J.D. Howe, Phys. Rev. 48, 381 (1935)

2) L.S. Ornstein, H. Brinkman, A. Hauer, T. Tol, Physica 5, 693 (1938)

3) T. Tol und L.S. Ornstein, Physica 7, 685 (1940)

4) T. Tol, Diss. Utrecht (1940)

5) P.G. von Zanten, Diss. Groningen (1945)

6) F. Sjenitzer, Diss. Utrecht (1948)

7) S. Kuwabara, J. Phys. Soc. Japan 12, 637 (1957)

8) S. Lennander, Arkiv för Fysik 8, 551 (1954)

9) M. Horstmann und G. Meyer, Acta Cryst. (im Druck)

10) J.A. Ibers und B.K. Vainsthein, Kristallografiya 4, 641 (1959)

11) K. Fujawara, J. Phys. Soc. Japan 14, 1513 (1959)

12) J.M. Cowley und A.F. Moodie, Acta Cryst. 10, 609 (1957)

13) F. Fujimoto, J. Phys. Soc. Japan 14, 1558 (1959)
J. Phys. Soc. Japan 15, 859 (1960)

14) H. Niehrs, Z. Naturforsch. 14a, 504 (1959)

15) H. Blackman, Proc. Roy. Soc. A 173, 68 (1938)

16) R.W. James, The Optical Principles of the Diffraction of X-Rays, London 1954

17) H. Mayer, Physik dünner Schichten, Stuttgart 1955

18) H. Raether, Handbuch Phys. XXXII, 530

19) K.J. Hanszen, Z. Naturforsch. 11a, 878 (1956)

20) M. Horstmann und G. Meyer, Z. Phys. 159, 563 (1960)

21) A. Winkelmann, Z. Angew. Phys. 7, 296 (1955)
Z. Angew. Phys. 8, 218 (1956)

22) H. Behrens, Z. Phys. 162, 180 (1961)

23) G. Meyer, Diss. Hamburg (1960)

Diese Arbeit wurde im Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg angefertigt. Dem Direktor des Instituts, Herrn Professor Dr. H. Raether, danke ich herzlich für die Aufnahme im Institut sowie für die Anregung und Förderung der Arbeit. Herrn Dr. M Horstmann und Herrn Dr. G. Meyer bin ich für viele anregende Diskussionen zu Dank verpflichtet.

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft unterstützte die Arbeit durch Bereitstellung verschiedener Geräte.

Ich versichere, daß ich die Arbeit selbständig durchgeführt und nur die im Literaturverzeichnis angegebenen Quellen benutzt habe.

Hamburg, im Oktober 1961

Norbert Wedel

Lebenslauf

Am 6. März 1935 wurde ich, Norbert Wedel, als Sohn des Rechtsanwaltes Dr. Max Wedel und seiner Ehefrau Berta, geb. Berlet, in Nürnberg geboren. 1941 bis 1945 besuchte ich die Volksschule in Erlangen und anschließend das humanistische "Gymnasium Fridericianum". Nach der Reifeprüfung im Jahre 1953 immatrikulierte ich mich an der Universität Erlangen mit dem Hauptfach Physik und den Nebenfächern Mathematik und Chemie. Die Diplom - Vorprüfung legte ich im November 1955 an der Universität Erlangen ab. Im Sommersemester 1956 immatrikulierte ich mich an der Universität München. Dort begann ich im Wintersemester 1956/57 unter Leitung von Herrn Professor Dr. A. Faessler meine Diplomarbeit: "Konstruktion und Bau eines fokussierenden Röntgenspektrographen". Die Diplom - Hauptprüfung legte ich im Juni 1958 ab. Herr Professor Dr. H. Raether ermöglichte mir im Jahre 1959 den Beginn der vorliegenden Dissertation am Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg.

Während meines Studiums in Erlangen und München besuchte ich Vorlesungen und Übungen der folgenden Herren Professoren und Dozenten:

Physik: Fleischmann, Mollwo, Heiland, Volz, Strohmeier, Finkelnburg, Gerlach, Rollwagen, Kinder, Auer, Welker, Bopp, Höhler, Faessler.

Mathematik: Haupt, Nöbeling, Schneider, Specht, Kowalsky, Lammel.

Chemie: Meuwsen, Hesse.

Kristallographie: Menzer.

Allen meinen Lehrern danke ich herzlich für die Förderung meines Studiums.

Hamburg, im Oktober 1961 Norbert Wedel